

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-228647

(43)Date of publication of application : 24.08.2001

(51)Int.Cl.

G03G 9/08  
G03G 9/087

(21)Application number : 2000-042326

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 21.02.2000

(72)Inventor : ISHIYAMA TAKAO  
SERIZAWA MANABU  
SHOJI TAKESHI  
SATO SHUJI  
INUKAI TAKASHI

(54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER, METHOD OF MANUFACTURING THE SAME, DEVELOPER AND METHOD OF FORMING IMAGE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner which suppresses the temperature dependence of peeling and the temperature dependence of the toner amount deposited in an oilless fixing process, and with which good gloss of a fixed image is obtained, excellent resistance against hot offset and excellent transparency of an image for an OHP are obtained, and an image of high picture quality can be formed, and to provide a method of producing that toner, a developer and a method of forming an image.

SOLUTION: The electrostatic charge image developing toner features that the complex viscosity  $\eta^*$  of the toner at 160°C obtained from the measurement of temperature dispersion of the toner by a sine wave vibration method ranges  $3.0 \times 10^2$  to  $1.2 \times 10^3$  Pas and the loss tangent  $\tan \delta$  ranges 0.6 to 1.6. The toner is produced by a hetero aggregation and melt and combining method, and the obtained toner is used for the developer and the method of forming an image.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.09.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3661544

[Date of registration] 01.04.2005

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]









(9)

カチオン性界面活性剤  
(サニゾールB50、花王社製)  
イオン交換水

以上の成分を95℃に加熱した後、KHA粒状ウレタラックを50℃で十分に加熱した後、圧力射出型モノイザーで分散処理し、成型剤の中心粒径が180nm、\*

(実施例1)  
細微粒子分散液(I)  
着色剤分散液(I)  
無機微粒子分散液(I)  
(トナー重量に対して細微粒子分が20重量%)  
無機微粒子分散液(I)  
(トナー重量に対して無機微粒子分が8重量%)

ポリ塩化アルミニウム

以上の成分を大型ステンレス製フラスコ中に入れて1K仕型ウレタラックで60℃で十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを密封しながら48℃まで加熱し、その状態を80分間保持して微細粒子分散液を調製した後、無機微粒子分散液(I)を8.8重量部を追加した。

[0008] その後、微細粒子分散液を0.6モル/リットルの水酸化ナトリウム水溶液を添加してpHを5.6に調整し、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら95℃まで加熱して6時間保持して微細粒子表面に無機微粒子を付着して付着粒子分散液を調製した。

[0009] 反応終了後、冷却し、通過、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引機により固液分離を行い、さらに40℃のイオン交換水3リットルに再分散し、15分間回転速度300rpmで攪拌し沈降した。この沈降を5回繰り返して、濃度のpHが8.50、電気伝導度7.1μS/cm、表面張力が71.0N・mとなったところで、ヌッチェ式吸引機によりNo.5アラスを用いて固液分離を行った。次いで真空乾燥を12時間継続して実施例1のトナー粒子を得た。

[0070] このトナー粒子の粒子径をコールターカウンターで測定したところ、体積平均径D<sub>50</sub>は5.4μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.19であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.11であった。また、ハーゼックス法を用いて求めた形状係数SFIは115.8で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、1.10×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは0.63であった。

[0071] (実施例2) 上記のトナー粒子50gに対して、疎水性シリカ(TS720、キャボット社製)を2g添加してサンプリングを用いてブレンドして実施例1の外添トナーを得た。ポリメチルメタクリレート(純度99.9%)を1重量%添加した平均粒径50μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.19であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.11であった。また、ハーゼックス法を用いて求めた形状係数SFIは115.8で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、1.10×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは0.63であった。

16

5重量部

200重量部

\* 固形分量が21.5%の無機微粒子分散液(I)を得た。  
[0007]

200重量部

40重量部

160重量部

40重量部

1.23重量部

のフェライトキリアに対して、トナー濃度が5重量%になるように実施例1の外添トナーを秤量し、ポルミルで5分間攪拌・混合して実施例1の無機微粒子を得た。

[0072] (評価) 富士ゼロックス社製Aカラー-845成膜機に実施例1の成膜液を適用し、成膜速度を200mm/secに設定し、トナー粒子径を4.56μm、粘度を2.9.0g/m<sup>2</sup>、13.56g/m<sup>2</sup>に変化させ、成膜温度を160℃、180℃、200℃にそれぞれ設定して、オイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

[0073] (実施例2) 実施例1において、無機微粒子分散液(I)の代わりに無機微粒子分散液(II)を80重量部、トナー重量に対する無機微粒子は9.5重量%に調整し、着色剤分散液(I)の代わりに着色剤分散液(II)を同量添加した以外は実施例1と同様に実施例2のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機微粒子は8重量%であった。

[0074] このトナー粒子の体積平均径D<sub>50</sub>は6.1μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.21であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.15であり、形状係数SFIは117.2で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、9.7×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは0.87であった。このトナー粒子を、実施例1と同様に実施例1の無機微粒子を調整した。

[0076] (評価) この実施例を、実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

(10)

17

量の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

[0076] (実施例3) 実施例1において、無機微粒子分散液(I)の代わりにコロイダルシリカ(ST-100、中心粒径100nm、日産化学社製)を80重量部、トナー重量に対してシリカ分が10重量%に調整し、着色剤分散液(I)の代わりに着色剤分散液(II)を同量添加した以外は実施例1と同様に実施例3のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機微粒子は8.5重量%であった。

[0077] このトナー粒子の体積平均径D<sub>50</sub>は6.3μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.20であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.11.2で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、7.2×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは1.20であった。このトナー粒子を、実施例1と同様に実施例3の無機微粒子を調整した。

[0078] (評価) この実施例を、実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

[0079] (実施例4) 実施例1において、無機微粒子分散液(I)の代わりにコロイダルシリカ(ST-100、中心粒径40nm、日産化学社製)を30重量部、トナー重量に対してシリカ分が5重量%に調整し、着色剤分散液(I)の代わりに着色剤分散液(II)を同量添加した以外は実施例1と同様に実施例4のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機微粒子は8.5重量%であった。

[0080] このトナー粒子の体積平均径D<sub>50</sub>は6.4μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.24であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.15であり、形状係数SFIは117.2で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、1.17×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは0.84であった。このトナー粒子を、実施例1と同様に実施例4の無機微粒子を調整した。

[0081] (評価) この実施例を、実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

18

量の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

[0082] (実施例5) 実施例1において、無機微粒子分散液(I)の代わりにコロイダルシリカ(ST-100、中心粒径8nm、日産化学社製)を80重量部、トナー重量に対してシリカ分が5重量%に調整し、着色剤分散液(I)の代わりに着色剤分散液(II)を同量添加した以外は実施例1と同様に実施例5のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機微粒子は8重量%であった。

[0083] このトナー粒子の体積平均径D<sub>50</sub>は5.2μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.22であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.18であり、形状係数SFIは116.4で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、3.30×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは1.56であった。このトナー粒子を、実施例1と同様に実施例5の無機微粒子を調整した。

[0084] (評価) この実施例を、実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

[0085] (実施例6) 実施例1において、無機微粒子分散液(I)の代わりにコロイダルシリカ(ST-100、中心粒径8nm、日産化学社製)を120重量部、トナー重量に対してシリカ分が20重量%に調整し、着色剤分散液(I)の代わりに着色剤分散液(II)を同量添加した以外は実施例1と同様に実施例6のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機微粒子は7重量%であった。

[0086] このトナー粒子の体積平均径D<sub>50</sub>は5.6μm、体積平均粒径分布係数GSDvは1.25であり、体積平均粒径分布係数GSDvと数平均粒径分布係数SDpの比(GSDv/GSDp)は1.19であり、形状係数SFIは118.1で球状であることが観察された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、6.60×10<sup>3</sup>Pa・sであり、tanδは1.09であった。このトナー粒子を、実施例1と同様に実施例6の無機微粒子を調整した。

[0087] (評価) この実施例を、実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面後の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子径の増加にかかわらず低粘度に調整することができ、いずれの場合も定着面後の表面光沢性が良好で、高濃度セツトも発生しなかった。また、OHPシートの透過性は良好であり、透過係に限りは調整されなかった。

(11)

19. 量の変動にかかわらず低抵抗に制限することができ、いずれの場合も定着面の表面光沢性が良好で、高圧オフセットも発生しなかった。また、OHPシートの透過性が良好であり、透過像に現れる抵抗は低抵抗であった。

10088 (実施例7) 実施例1において、無機顔料分散液(1)の代わりにマイクロ酸化チタンを含む無機顔料分散液(3)を8.0重量部添加し(トナー重量に対してシリカ分が1.0重量%)、着色剤分散液(1)の代わりに着色剤分散液(2)を同量添加した以外は実施例1と同様にして比較例3のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機顔料は8重量%であった。

10089 このトナー粒子の体積平均径 $D_{50}$ は5.4  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ は1.24であり、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ と数平均粒度分布指数 $GSD_p$ の比( $GSD_v/GSD_p$ )は1.15であり、形状係数 $SFI$ は117.2で球状であることが検出された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、8.15  $\times 10^2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は1.07であった。このトナー粒子を例1と同様にして実施例7の現像剤を調製した。

10090 (評価) この現像剤を実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はいずれの場合も良好であり、トナー粒子の表面に定着面の表面光沢性が良好で、高圧オフセットも発生しなかった。また、OHPシートの透過性が良好であり、透過像に現れる抵抗は低抵抗であった。

10091 (比較例1) 実施例1において、無機顔料分散液(1)の代わりにコロイダルシリカ(ST-O-1, 中心粒径4.0 nm、粒径化学組成)を18.0重量部添加し(トナー重量に対してシリカ分が2.2重量%)、着色剤分散液(1)の代わりに着色剤分散液(2)を同量添加した以外は実施例1と同様にして比較例1のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機顔料は7.6重量%であった。

10092 このトナー粒子の体積平均径 $D_{50}$ は5.8  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ は1.25であり、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ と数平均粒度分布指数 $GSD_p$ の比( $GSD_v/GSD_p$ )は1.21であり、形状係数 $SFI$ は119.7で球状であることが検出された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、2.40  $\times 10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は0.52であった。このトナー粒子を例1と同様にして比較例1の現像剤を調製した。

10093 (評価) この現像剤を実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、いずれの場合にもオイルレス定着性にやや低下が見られた。また、トナー粒子の表面に定着面の表面光沢性が低抵抗に制限することができ、いずれの場合も定着面の表面光沢性が良好で、高圧オフセットも発生しなかった。また、OHPシートの透過性が良好であり、透過像に現れる抵抗は低抵抗であった。

20

ることができたが、定着面の表面光沢性が低く、OHPシートの透過性が低く、透過像の現れが抑制された。

10094 (比較例2) 実施例1において、無機顔料分散液(1)の代わりにコロイダルシリカ(ST-O-1, 中心粒径4.0 nm、粒径化学組成)を9.0重量部添加し(トナー重量に対してシリカ分が1.5重量%)、着色剤分散液(1)の代わりに着色剤分散液(2)を同量添加した以外は実施例1と同様にして比較例3のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機顔料は9重量%であった。

10095 このトナー粒子の体積平均径 $D_{50}$ は5.2  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ は1.21であり、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ と数平均粒度分布指数 $GSD_p$ の比( $GSD_v/GSD_p$ )は1.20であり、形状係数 $SFI$ は117.7で球状であることが検出された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、2.70  $\times 10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は1.68であった。このトナー粒子を例1と同様にして比較例2の現像剤を調製した。

10096 (評価) この現像剤を実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性は良好であり、定着面が160℃、180℃でトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、2.70  $\times 10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は1.68であった。このトナー粒子を例1と同様にして比較例2の現像剤を調製した。

10097 (比較例3) 実施例1において、無機顔料分散液(1)の代わりに無機顔料分散液(2)を2.6重量部添加し(トナー重量に対してシリカ分が2.0重量%)、着色剤分散液(1)の代わりに着色剤分散液(2)を同量添加した以外は実施例1と同様にして比較例3のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機顔料は9重量%であった。

10098 このトナー粒子の体積平均径 $D_{50}$ は5.3  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ は1.20であり、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ と数平均粒度分布指数 $GSD_p$ の比( $GSD_v/GSD_p$ )は1.18であり、形状係数 $SFI$ は115.2で球状であることが検出された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、1.70  $\times 10^2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は2.03であった。このトナー粒子を例1と同様にして比較例3の現像剤を調製した。

10099 (評価) この現像剤を実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性は良好であったが、定着面が180℃で

(12)

21. トナー粒子量が4.5 g/cm<sup>2</sup>の場合に高圧オフセットが発生した。また、定着性は紙へのしみ込みにより低下した。さらに、定着面が200℃で定着ローラーへの付着が発生した。さらに、OHPシートは高圧オフセットに起因する表面現れが発生し、透過像の現れが抑制された。

10100 (比較例4) 実施例1において、無機顔料分散液(1)の代わりに無機顔料分散液(2)を2.40重量部添加し(トナー重量に対してシリカ分が2.6重量%)、着色剤分散液(1)の代わりに着色剤分散液(2)を同量添加した以外は実施例1と同様にして比較例4のトナー粒子を得た。なお、トナー重量に対する無機顔料は5重量%であった。

10101 このトナー粒子の体積平均径 $D_{50}$ は5.8  $\mu\text{m}$ 、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ は1.26であり、体積平均粒度分布指数 $GSD_v$ と数平均粒度分布指数 $GSD_p$ の比( $GSD_v/GSD_p$ )は1.27であ

22

り、形状係数 $SFI$ は120.4で球状であることが検出された。このトナー粒子の動的粘弾性測定から求めた160℃の複素粘度は、2.97  $\times 10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ であり、 $\tan \delta$ は0.51であった。このトナー粒子を例1と同様にして比較例3の現像剤を調製した。

10102 (評価) この現像剤を実施例1と同様の条件下でオイルレス定着性、耐熱性、定着面の表面光沢性、及びOHPシートの透過性を調べたところ、オイルレス定着性はやや低下したが、トナーの粒子の表面に定着面の表面光沢性が良好で、高圧オフセットも発生しなかった。また、定着面の表面光沢性が低く、透過像の現れが抑制された。

10103  
[表1]

[illegible]

• [表2]

[illegible]

**[0105]**

**[数3]**



(91)

(72) 発明者 犬飼 耕志  
 千葉県南足柄市竹松1805番地 富士ゼロ  
 Fターム(参考) 2H005 A8D03 D1A04 D1A05 E1A01 E1A03  
 E1A05 E1A10 F1A01 F8D01

[illegible]

注。OHIPの透明性、及び定着難折り曲げ耐性等の定着  
特性と優れた粘着剤環境用トナーの提供を可能にし、優  
れた画質を形成できるようになった。

フロントページの書き

(72) 发明者 庄子 敏  
神奈川県南足柄市竹中1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(73) 发明者 佐藤 修二  
神奈川県南足柄市竹中1600番地 富士ゼロックス株式会社内